

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

2
#llw
8159

JC979 U.S. PTO
09/867420



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年 9月14日

出願番号

Application Number:

特願2000-280486

出願人

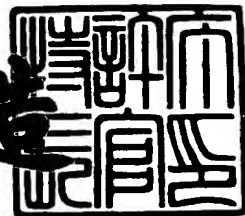
Applicant(s):

東芝機械株式会社

2001年 5月25日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3045111

【書類名】 特許願

【整理番号】 A000005462

【提出日】 平成12年 9月14日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03B 11/00

【発明の名称】 ガラス用成形型

【請求項の数】 7

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県沼津市大岡 2 0 6 8 の 3 東芝機械株式会社内

 【氏名】 増田 淳

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県沼津市大岡 2 0 6 8 の 3 東芝機械株式会社内

 【氏名】 鎌野 利尚

【特許出願人】

 【識別番号】 000003458

 【氏名又は名称】 東芝機械株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100058479

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 鈴江 武彦

 【電話番号】 03-3502-3181

【選任した代理人】

 【識別番号】 100084618

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 村松 貞男

【選任した代理人】

 【識別番号】 100068814

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 坪井 淳

【選任した代理人】

【識別番号】 100092196

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 良郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100091351

【弁理士】

【氏名又は名称】 河野 哲

【選任した代理人】

【識別番号】 100088683

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 誠

【選任した代理人】

【識別番号】 100070437

【弁理士】

【氏名又は名称】 河井 将次

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-167921

【出願日】 平成12年 6月 5日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011567

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9006480

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ガラス用成形型

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面が離型膜によって被覆されたガラス用成形型において、母材と離型膜との間に、離型膜中への母材の第一成分元素の拡散を防止する拡散防止膜が設けられていることを特徴とするガラス用成形型。

【請求項 2】 前記拡散防止膜は、温度を摂氏で表示した場合に、その融点がガラスの成形温度の 2.6 倍以上である高融点金属によって構成されていることを特徴とする請求項 1 に記載のガラス用成形型。

【請求項 3】 前記拡散防止膜は、互いに組成が異なる複数の層から形成されていることを特徴とする請求項 2 に記載のガラス用成形型。

【請求項 4】 前記母材は、WC の焼結体によって構成され、
前記拡散防止膜は、Ta、Nb、Re、Os、Ru、Ir、Zr、Mo、Rh 及び Hf のグループの中から選ばれた少なくとも一種の金属から構成されていることを特徴とする請求項 2 に記載のガラス用成形型。

【請求項 5】 表面が離型膜によって被覆されたガラス用成形型において、前記離型膜は、温度を摂氏で表示した場合に、その融点がガラスの成形温度の 2.6 倍以上である高融点金属によって構成されていることを特徴とするガラス用成形型。

【請求項 6】 前記離型膜は、互いに組成が異なる複数の層から形成されていることを特徴とする請求項 5 に記載のガラス用成形型。

【請求項 7】 前記母材は、WC の焼結体によって構成され、
前記離型膜は、Ta、Nb、Re、Os、Ru、Ir、Zr、Mo、Rh 及び Hf のグループの中から選ばれた少なくとも一種の金属から構成されていることを特徴とする請求項 5 に記載のガラス用成形型。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ガラスのプレス成形の際に使用される成形型に係り、特に、型の表

面に被覆されるコーティング膜の構成に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

従来より、ガラス製の光学部品などを製造する際、プレス成形法が広く採用されている。この方法では、ガラスを転移点近傍の温度まで加熱した後、成形型を用いて上下からプレス成形することによって、型の形状をガラスに転写している。ガラスのプレス成形に用いられる成形型には、表面の鏡面加工が可能で、高温強度が高く、ガラスの離型性に優れているなどの特性が要求される。

【 0 0 0 3 】

一般的な成形型として、例えば、炭化タングステン（WC）の焼結体の表面に、耐酸化性に優れた貴金属の離型膜を被覆したものが用いられている。炭化タングステンの焼結体には、バインダとしてコバルトまたはニッケルが使用されることが多い。これらのバインダの金属は、プレス成形の際に繰り返し加熱されることによって、離型膜中の貴金属との間で相互に拡散を起こす。その結果、離型膜の組成が変化し、外観上では型の表面が曇り始めるとともに、次第にガラスが融着し易くなる。このように、離型膜の中へバインダの金属が拡散することが、成形型の寿命を短くする要因の一つとなっている。

【 0 0 0 4 】

このような問題を解決するため、特開平 7 - 2 5 3 3 号公報及び特開平 1 0 - 1 9 4 7 5 4 公報には、バインダを含まない炭化タングステン焼結体を用いたガラス用成形型が記載されている。このように、バインダを含まない炭化タングステン焼結体で成形用型を製作することによって、離型膜の中へのバインダの金属の拡散を防止することができる。

【 0 0 0 5 】

しかし、成形用型の母材としてバインダを含まない炭化タングステンを用いても、母材中のタングステンと離型膜との間の相互拡散を防ぐことはできない。このため、タングステンが離型膜を通して離型膜の表面まで到達し、そこで酸化物を形成する。その結果、外観変化として型の表面が曇るようになるとともに、離型性が低下してガラスの融着を招くことがあった。

【0 0 0 6】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、以上の様な従来のガラス用成形型の問題点に鑑み成されたもので、本発明の目的は、型の母材と離型膜との間の相互拡散を防止することによって、離型膜の離型性を長期間に渡って維持することができるガラス用成形型を提供することにある。

【0 0 0 7】

【課題を解決するための手段】

本発明のガラス用成形型は、表面が離型膜によって被覆されたガラス用成形型において、母材と離型膜との間に、離型膜中への母材の第一成分元素の拡散を防止する拡散防止膜が設けられていることを特徴とする。

【0 0 0 8】

本発明のガラス用成形型によれば、前記拡散防止膜を、その中での母材の第一成分元素（構成元素の内、重量比で表した組成が最も高い元素）の拡散速度が著しく遅い材料で形成することによって、母材の第一成分元素の拡散による離型膜の変質を防ぎ、離型膜の離型性を長期間に渡って維持することができる。

【0 0 0 9】

このような拡散防止膜は、例えば、温度を摂氏で表示した場合に、その融点がガラスの成形温度の2.6倍以上である高融点金属によって構成することができる。

【0 0 1 0】

なお、前記拡散防止膜を、成形型及び離型膜の材料に対応させて、互いに組成が異なる複数の層から形成しても良い。

【0 0 1 1】

なお、前記拡散防止膜は、その熱膨張係数が成形型と離型膜の熱膨張係数の間の値であることが好ましい。

【0 0 1 2】

前記母材がWCの焼結体によって構成される場合、前記拡散防止膜を、Ta、Nb、Re、Os、Ru、Ir、Zr、Mo、Rh及びHfのグループの中から

選ばれた少なくとも一種の金属から構成することができる。

【0013】

なお、前記拡散防止膜が、離型性を備えている場合には、その上に更に離型膜を形成する必要はない。

【0014】

【発明の実施の形態】

図1に、本発明に基づくガラス成形用の型の型面部分の断面構造の一例を示す。母材1の上には、拡散防止膜2が被覆され、その上に離型膜3が被覆されている。この例では、母材1は、炭化タングステン(WC)の焼結体である。拡散防止膜2は、ニオブ(Nb)のスパッタ膜であり、離型膜3は、白金(Pt)とイリジウム(Ir)の合金のスパッタ膜である。

【0015】

なお、拡散防止膜2の材料としては、ニオブ(Nb)の他に、ジルコニウム(Zr)、ルテニウム(Ru)、ハフニウム(Hf)、タンタル(Ta)、レニウム(Re)、オスミウム(Os)、モリブデン(Mo)、ロジウム(Rh)またはイリジウム(Ir)の単体またはそれらの合金を使用することができる。

【0016】

次に、各種の拡散防止膜2が設けられたガラス成形用の型を試作し、その性能を比較した結果について説明する。なお、成形型は円盤状で、直径が34mm、厚さが7.5mmである。母材1は、炭化タングステン(WC)の焼結体で構成されている。この母材1の中には、炭化チタン(TiC)が3wt%含まれているが、金属系のバインダ(例えば、ニッケル、コバルトなど)は含まれていない。母材1の表面を鏡面研磨で仕上げた後、その上に、以下の様に、拡散防止膜2及び離型膜3を形成して、以下に示す6種類の成形型(比較用の従来品1種類を含む)製作した。

【0017】

(供試体A)

母材1の上に、ニオブ(Nb)をスパッタ法により厚さ0.05 μ mで被覆して、拡散防止膜2を形成した。その上に、白金(Pt)とイリジウム(Ir)の

合金 (Pt : 4 0 w t %、Ir : 6 0 w t %) をスパッタ法により厚さ 0. 3 μ m で被覆して、離型膜 3 を形成した。

【 0 0 1 8 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである：

Nb の融点	: 2 4 6 9 °C
Pt - Ir の融点	: 2 1 7 6 °C
成形温度	: 7 0 0 °C
(Nb の融点 / 成形温度)	: 3. 5
(Pt - Ir の融点 / 成形温度)	: 3. 1

(供試体 B)

母材 1 の上に、モリブデン (Mo) をスパッタ法により厚さ 0. 0 5 μ m で被覆して、拡散防止膜 2 を形成した。その上に、白金 (Pt) とイリジウム (Ir) の合金 (Pt : 4 0 w t %、Ir : 6 0 w t %) をスパッタ法により厚さ 0. 3 μ m で被覆して、離型膜 3 を形成した。

【 0 0 1 9 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである：

Mo の融点	: 2 6 2 3 °C
Pt - Ir の融点	: 2 1 7 6 °C
成形温度	: 7 0 0 °C
(Mo の融点 / 成形温度)	: 3. 7
(Pt - Ir の融点 / 成形温度)	: 3. 1

(供試体 C)

母材 1 の上に、ハフニウム (Hf) をスパッタ法により厚さ 0. 0 2 μ m で被覆し、更にその上に、ニオブ (Nb) をスパッタ法により厚さ 0. 0 3 μ m で被覆して、二層から成る拡散防止膜 2 を形成した。その上に、白金 (Pt) とイリジウム (Ir) の合金 (Pt : 4 0 w t %、Ir : 6 0 w t %) をスパッタ法により厚さ 0. 3 μ m で被覆して、離型膜 3 を形成した。

【 0 0 2 0 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである：

H f の融点	: 2 2 3 1 °C
N b の融点	: 2 4 6 9 °C
P t - I r の融点	: 2 1 7 6 °C
成形温度	: 7 0 0 °C
(H f の融点 / 成形温度)	: 3 . 2
(N b の融点 / 成形温度)	: 3 . 5
(P t - I r の融点 / 成形温度)	: 3 . 1

(供試体 D)

母材 1 の上に、タンタル (T a) をスパッタ法により厚さ $0.05 \mu\text{m}$ で被覆して、拡散防止膜 2 を形成した。その上に、レニウム (R e) とイリジウム (I r) の合金 (R e : 5 0 w t %、I r : 5 0 w t %) をスパッタ法により厚さ $0.3 \mu\text{m}$ で被覆して、離型膜 3 を形成した。

【 0 0 2 1 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである：

T a の融点	: 3 0 2 0 °C
R e - I r の融点	: 2 8 0 5 °C
成形温度	: 7 0 0 °C
(T a の融点 / 成形温度)	: 4 . 3
(R e - I r の融点 / 成形温度)	: 4 . 0

(供試体 E)

母材 1 の表面に、イオン注入法によりレニウム (R e) イオン及びイリジウム (I r) イオンを注入した後 ($40 \sim 10 \text{ keV}$ 、それぞれ $5 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$)、その上に、レニウムとイリジウムの合金 (R e : 5 0 w t %、I r : 5 0 w t %) をスパッタ法により厚さ $0.3 \mu\text{m}$ で被覆して、拡散防止膜を兼ねる離型膜 3 を形成した。

【 0 0 2 2 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである：

R e - I r の融点	: 2 8 0 5 °C
成形温度	: 7 0 0 °C

(R'e - I'r の融点 / 成形温度) : 4 . 0

(供試体 F : 従来品)

比較のため、下記条件で従来の方式による成形型を製作した。母材 1 の上に、ニッケル (N i) をスパッタ法により厚さ 0 . 0 5 μ m で被覆して、中間膜 (拡散防止膜 2) を形成した。その上に、白金 (P t) とイリジウム (I r) の合金 (P t : 4 0 w t %、I r : 6 0 w t %) をスパッタ法により厚さ 0 . 3 μ m で被覆して、離型膜 3 を形成した。

【 0 0 2 3 】

なお、この場合の各種パラメータは以下の通りである :

N i の融点 : 1 4 5 5 $^{\circ}$ C

P t - I r の融点 : 2 1 7 6 $^{\circ}$ C

成形温度 : 7 0 0 $^{\circ}$ C

(N i の融点 / 成形温度) : 2 . 1

(P t - I r の融点 / 成形温度) : 3 . 1

(比較テスト結果)

以上の各成形型を用いてガラス製の光学素子の成形を行い、拡散防止膜 2 による効果を調べた。図 2 に、このときのガラスの成形サイクルのパターンを示す。

なお、この場合の成形条件は以下の通りである :

ガラスの品名 : B K - 7

成形温度 (窒素雰囲気) : 7 0 0 $^{\circ}$ C

プレス力 (成形時) : 5 0 0 k g f

プレス力 (冷却時) : 1 0 0 k g f

プレス時間 : 3 0 秒。

【 0 0 2 4 】

まず、金型の酸化を抑えるために、1 0 リットル / m i n . の窒素ガスを流しながら、成形温度まで金型を加熱する (A \rightarrow B)。更に、ガラスの温度が成形温度に達するまで金型温度を保持する (B \rightarrow C)。ガラスが成形温度に達した後、5 0 0 k g f の荷重でガラスをプレスして、金型形状を転写する (C \rightarrow D)。プレス終了後、窒素ガス流量を 2 6 0 リットル / m i n . に増やして、ガラス及び

金型を冷却する（D→E）。この際に、ガラスが高温の時にガラスと金型を離すと、金型の雛型膜が剥離し易くなるので、金型の温度が300℃になるまで100kgfの荷重を加えながら冷却する。最後に、荷重を零にして金型の温度が220℃になったときに、成形されたガラスを取り出す（E→F）。

【0025】

上記の条件でガラスの成形を繰り返し実施したところ、供試体A～Eを使用した場合には、いずれも、500ショット後においても型表面に曇りが発生せず、成形型の離型性にも変化が認められなかった。一方、供試体F（従来品）を使用した場合には、5ショット後から型表面が曇り始め、53ショット後にガラスの融着が認められた。

【0026】

表1に、供試体A及び供試体Fについての試験結果を示す。

【0027】

【表1】

表1

	拡散防止膜 の材料	拡散防止膜の融点 ／成形温度	型表面の変化	離型性の変化
供試体A	Nb	3.5	500ショット後 変化なし	500ショット後 変化なし
供試体F	Ni	2.1	5ショット後 白い曇りが発生	53ショット後 ガラス融着

【0028】

成形後の金型表面をX線光電子分光法で分析した結果、供試体F（従来品）の表面からは母材成分のWが酸化物として確認された。これに対して、供試体Aの表面からはWがほとんど検出されなかった。ここで、ある温度T（℃）での拡散防止膜（中間膜）の金属内におけるWの拡散係数D（ cm^2/sec ）は T_m/T （ T_m は拡散防止膜（中間膜）の金属の融点（℃））と相関があり、 T_m/T の値が大きいほどWの拡散は遅くなる。従って、表1に示すように T_m/T の小さな供試体Fは、早い段階でWが拡散したと考えられる。その結果、型表面でW

酸化物が形成されて型表面が白く曇り、離型性が低下した。一方、 T_m/T の大きな供試体Aは、拡散防止膜中におけるWの拡散が遅いため、長時間離型性を保つことができる。

【0029】

【発明の効果】

本発明によれば、離型膜中への型の母材の主要構成元素の拡散を防止することによって、ガラス用成形型の寿命を延ばすことができる。その結果、ガラス製光学素子の製造コストを引き下げることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明に基づくガラス用成形型の型面部分の断面構造の一例を示す図。

【図2】

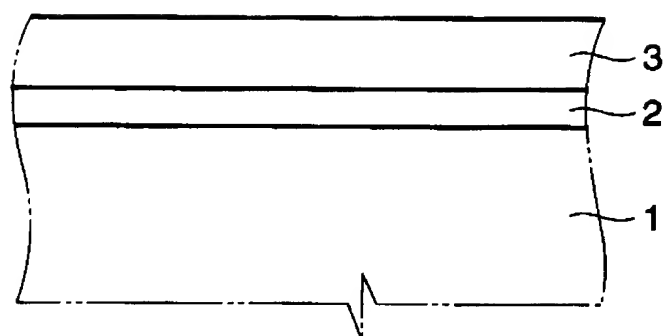
比較試験の際のガラスの成形サイクルのパターンを示す図。

【符号の説明】

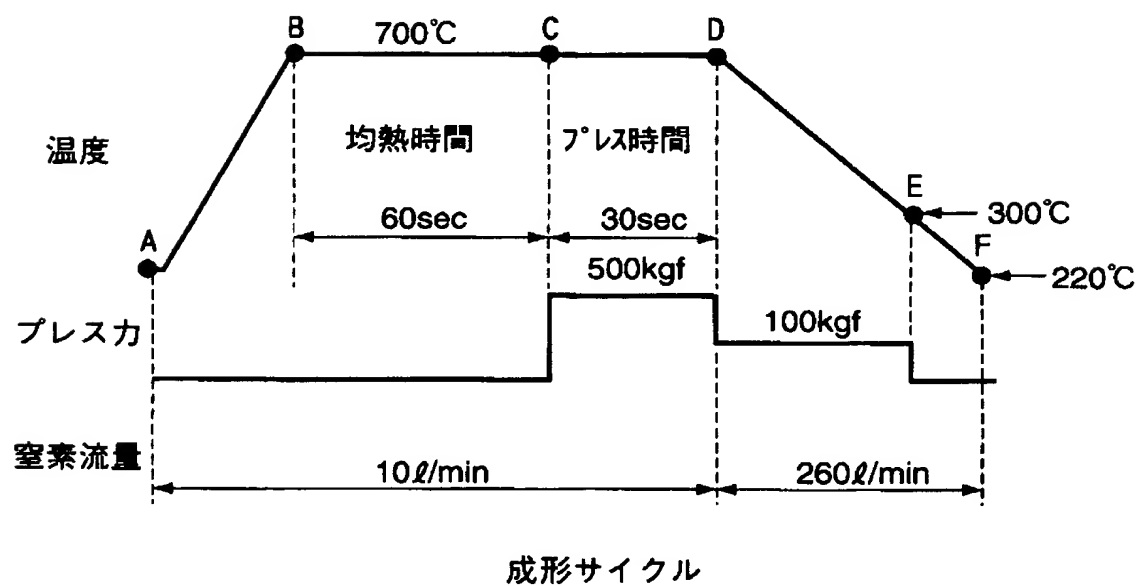
- 1・・・母材、
- 2・・・拡散防止膜、
- 3・・・離型膜。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ガラス用成形型において、型の母材と離型膜との間の相互拡散を防止することによって、離型膜の離型性を長期間に渡って維持する。

【解決手段】 母材 1 の上に、拡散防止膜 2 が被覆され、その上に離型膜 3 が被覆されている。この例では、母材 1 は、炭化タングステン (W C) の焼結体で構成されている。この母材 1 の中には、炭化チタン (T i C) が 3 w t % 含まれているが、金属系のバインダは含まれていない。拡散防止膜 2 は、ニオブ (N b) をスパッタ法により厚さ 0. 0 5 μ m で被覆したものである。離型膜 3 は、白金 (P t) とイリジウム (I r) の合金をスパッタ法により厚さ 0. 3 μ m で被覆したものである。なお、拡散防止膜 2 として、N b の他に、T a、H f、Z r、R e、I r、M o、R h、R u、O s などの高融点金属を使用することができる。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 3 4 5 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区銀座4丁目2番11号

氏 名 東芝機械株式会社